



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

**0 107 155
A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 83110249.6

(51) Int. Cl.³: **D 21 J 1/08, D 21 J 3/00**

(22) Anmeldetag: 14.10.83

(30) Priorität: 22.10.82 DE 3239094

(71) Anmelder: **DEUTSCHE FIBRIT GESELLSCHAFT Ebers & Dr. Müller mbH, Cracauer Strasse 55, D-4150 Krefeld (DE)**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 02.05.84
Patentblatt 84/18

(72) Erfinder: **Bovender, Franz, Schönwasser-Strasse 26, D-4150 Krefeld (DE)**

(84) Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH FR GB IT LI LU NL SE**

(74) Vertreter: **Patentanwaltsbüro Cohausz & Florack, Postfach 14 01 47, D-4000 Düsseldorf 1 (DE)**

(54) **Verfahren zur Eigenschaftsverbesserung von Faserstoff-Formteilen und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Eigenschaftsverbesserung, insbesondere der Wasserbeständigkeit und mechanischen Festigkeit, von aus cellulosehaltiger Faserstoff-Aufschlammung durch Pressen erzeugten Formteilen. Erfindungsgemäß werden die Faserstoff-Formteile einem Unterdruck ausgesetzt, dann mit einem geeigneten fließfähigen Isocyanat in Kontakt gebracht (benetzt), gegebenenfalls nach Entfernen überflüssigen Harzes von der Oberfläche der Formteile einer Druckerhöhung unterworfen und anschließend ausgehärtet.

EP 0 107 155 A2

COHAUSZ & FLORACK

PATENTANWALTSBÜRO

SCHUMANNSTR. 97 · D-4000 DÜSSELDORF

Telefon: (0211) 68 33 46

Telex: 0858 6513 cop d

0107155

PATENTANWÄLTE:

Dipl.-Ing. W. COHAUSZ · Dipl.-Ing. R. KNAUF · Dipl.-Ing. H. B. COHAUSZ · Dipl.-Ing. D. H. WERNER

1 DEUTSCHE FIBRIT GESELLSCHAFT - 1 -
EBERS & DR. MÜLLER mbH
Cracauer Straße 55
4150 Krefeld
5 Bundesrepublik Deutschland

Verfahren zur Eigenschaftverbesserung von
Faserstoff-Formteilen und Vorrichtung zur
10 Durchführung des Verfahrens

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Eigen-
15 schaftverbesserung, insbesondere der Wasserbeständig-
keit und mechanischen Festigkeit von aus zellulose-
haltiger Faserstoff-Aufschlammung durch Pressen erzeugten
Formteilen, bei dem die Formteile einem Unterdruck aus-
gesetzt, dann mit einem geeigneten fließfähigen Harz be-
20 netzt, einer Druckerhöhung unterworfen und anschließend
ausgehärtet werden.

Nach dem heutigen Stand der Technik werden derartige bei-
spielsweise in den DE-PSen 803 019 und 803 085 beschrie-
25 bene Formteile in wesentlichen Stückzahlen hergestellt,
teilweise durch oberflächliche Imprägnierung mit Kunst-
harzen in ihrem Eigenschaftenbild wünschenswert abge-
rundet, und überall dort technisch eingesetzt, wo die
damit erzielbaren Endeigenschaften mit den gestellten An-
30 forderungen gezielt in Einklang zu bringen sind. Große
Anwendungsbereiche finden solche Formteile derzeit u.a.
als Träger von Innenausstattungsteilen im Kraftfahrzeug-
bau sowie als Material für Lautsprechermembranen.

35 36 247 EU
W/Ka

1 Das Ziel ist eine Verbesserung der Eigenschaften von Fa-
serstoff-Formteilen, um mit diesen das Eigenschafts-
niveau von Kunststoff-Formteilen zu erreichen und dabei
gleichzeitig den bekannt hohen Anteil von verfügbaren
5 und regenerierbaren Rohstoffen zu nutzen.

Aus der DE-PS 864 917 ist ein Verfahren zum Veredeln von
geformten Massen aus Fasermaterialien, wie Holz oder
Zellulosefasern, bekannt, nach welchem diese Stoffe mit
10 Diisocyanaten unter Druck imprägniert werden, wobei das
Imprägniermittel dann mit oder ohne Druck ausgehärtet
wird. Durch dieses bekannte Verfahren wird die Ober-
flächenhärte erhöht und die Wasserquellbarkeit des Holzes
stark vermindert. Um das Eindringen des Harzes in das Fa-
15 serstoff-Formteil unter Druck zu ermöglichen, wird das
Harz mit einem Lösungsmittel, z.B. Butylacetat, versetzt.
Dieses bekannte Verfahren hat verschiedene Nachteile. Zum
einen erhöht die Verwendung eines Lösungsmittels den wirt-
schaftlichen Aufwand für die Durchführung des Verfahrens.
20 Ferner müssen Maßnahmen getroffen werden, um das Lösungs-
mittel zu verdunsten, wobei Umweltbelastungen vermieden
werden müssen. Schließlich erfordert der Aushärtevorgang
die Anwendung von Druck, um ein Austreten des Harzes aus
dem Faserstoffgefüge zu vermeiden. Der gesamte Behand-
25 lungszyklus dauert dabei mehrere Stunden.

Bei der Imprägnierung von Holz mit Vinyl-Monomeren hat
man gemäß DE-Z "Holz als Roh- und Werkstoff", 1968, Sei-
te 110, Referat 7.2.4 die Teile auch schon einem Unter-
30 druck ausgesetzt und im Unterdruck mit Harz benetzt. An-
schließend wurde der Druck auf Atmosphärendruck erhöht
und nach vier Stunden das überschüssige Harz entfernt,
worauf der Druck auf 21 bar erhöht wurde und die Teile
für 18 Stunden diesem Druck ausgesetzt wurden. Danach
35 erfolgte ein langsamer Druckabbau während 1,5 Stunden.

1 Neben der ebenfalls stundenlangen Imprägnierungsdauer
ist bei diesem bekannten Verfahren vor allem von Nach-
teil, daß bei Verwendung eines mit dem Fasermaterial re-
aktiven Harzes die gesamte eingesetzte Harzmenge anrea-
5 giert wäre und für eine weitere Verwendung daher nicht
mehr zur Verfügung stehen könnte. Die wirtschaftliche Aus-
beute bei diesem bekannten Verfahren ist daher in zweier-
lei Hinsicht ungenügend. Außerdem ist auch hier offen-
sichtlich eine Aushärtung nur unter höherem Druck (20 atü)
10 möglich, um tropfen- und läuferfreie Oberflächen zu er-
halten.

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, ein durch
bessere Harzausnutzung und kurzzeitigere Imprägnierungs-
15 behandlung gekennzeichnetes wirtschaftlicheres Imprägnie-
rungsverfahren für Faserstoff-Formteile anzugeben, wobei
keine Tropfen- und Läuferbildung an den Oberflächen der
imprägnierten Formteile auftreten soll.

20 Zur Lösung dieser Aufgabe wird erfindungsgemäß das im An-
spruch 1 gekennzeichnete Verfahren vorgeschlagen.

Durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die
gestellte Aufgabe gelöst, denn die Imprägnierungszeit
25 kann auf eine nur Minuten währende Dauer verkürzt werden.
Darüber hinaus steht das noch im Unterdruck von den be-
netzten Formteilen getrennte und daher nicht anreagierte
Harz für nachfolgende weitere Imprägnierungen zur Ver-
fügung, wodurch die wirtschaftliche Ausbeute stark er-
30 höht wird.

Bekanntlich können flüssige isocyanatgruppenhaltige Mono-,
Oligo- und/oder Polymere mit Inhaltsstoffen von Holz-
und/oder Zellulosestoffbestandteilen chemisch zu Fest-
35 körpern reagieren und gemeinsam mit diesen einem Härtings-

1 prozeß, wie beispielsweise in -"Polyurethane in der fünf-
ten Dekade"- v. G. Oertel KUNSTSTOFFE 1/81 - erwähnt,
unterzogen werden, ohne einer weiteren Komponente, wie
z.B. eines Polyols zu bedürfen. Daneben ist die vorhan-
5 dene relativ hohe Gas- und/oder Flüssigkeitsaufnahme und
-durchlässigkeit bei den genannten Faserstoff-Formkörpern
typisch.

10 Weiterhin ist die Empfindlichkeit von flüssigen techni-
schen Isocyanaten gegenüber den mit ihnen reaktions-
fähigen Bestandteilen von Kontaktstoffen im Hinblick auf
unerwünschte Veränderung der Lieferformen bzw. der ihrer
Lagerstabilität bekannt.

15 Die Nachbehandlung von Faserstoff-Formteilen wird dement-
sprechend mit isocyanathaltigen, flüssigen Harzen unter
Bedingungen durchgeführt, die die Flüssigkeitsaufnahme
der Formteile ausnutzen und gleichzeitig den Kontakt der
mit Isocyanatgruppen reagierenden Formteil-Inhaltsstoffen
20 mit dem Harz überall da sicher ausschließen, wo außerhalb
des Teiles die Lagerstabilität der Flüssigphase erhalten
bleiben muß.

25 Wesen und Inhalt der Erfindung besteht demnach in einem
wirtschaftlichen Verfahren, das die Durchdringung von
Faserstoff-Formteilen mit einem geeigneten Isocyanatharz
gewährleistet, dabei den Kontakt von Inhaltsstoffen der
Formteile mit nicht in diese eingedrungenen Harzanteilen
sicher ausschließt. Die Aushärtung des eingedrungenen
30 Harzanteils erfolgt durch chemische Reaktion mit In-
haltsstoffen der Teile. Die Reaktionsprodukte lagern sich
an das Fasergefüge an, fixieren und dichten es weit-
gehend ab.

35

1 In bevorzugter Ausführungsform gelangt ein ungiftiges Iso-
cyanatharz, das in Viskosität, Reaktivität, NCO-Gehalt
und chemischer Struktur auf die Flüssigkeitsaufnahme und
den Gehalt an Reaktionspartnern des Faserstoff-Formteils
5 sowie die gewünschten Endeigenschaften hin abgestimmt ist,
derart zur Anwendung, daß das Harz mit vorzugsweise be-
reits entgasten Formteilen zur Benetzung in Kontakt ge-
bracht wird und durch Druckerhöhung in die Formteile ein-
dringt.

10

Die Formteile können sich im gleichen Behälter über einem
Isocyanatharz-Flüssigkeitsspiegel befinden. Nach Erreichen
des gewünschten Vakuums im Behälter, etwa 30 - 100 Torr,
überflutet das Harz die Teile. Die Faserstoff-Formteile
15 werden noch im Unterdruck von überschüssiger Flüssigkeit
getrennt, nachdem an diesen oberflächlich angelagertes
Harz abläuft. Bei der Druckerhöhung, bevorzugt im Bereich
von Atmosphärendruck bis etwa 20 bar, dringt dann aus-
schließlich das Quantum des noch an den Teilen anhaftenden
20 Harz-Flüssigkeitsfilmes ein und Tropfen- und Läuferbil-
dungen sind ausgeschlossen.

Anschließend kann die Aushärtung in einem separaten Be-
hälter bei erhöhter Temperatur erfolgen.

25

In weiterer bevorzugter Ausführungsform finden diese Vor-
gänge in einem dreh- und/oder kippbaren Unter- und/oder
Überdruckgefäß statt, wobei durch Drehung des Gefäßes um
180° der Tauchvorgang von Formstoff-Formteilen in ein
30 Isocyanatharzbad und durch Umkehrung oder weitere Drehung
die erneute Trennung beider Komponenten stattfindet.

Nach den genannten Ausführungsformen werden die mit dem
einkomponentigen Isocyanatharz behandelten Faserstoff-
35 Formteile üblichen, ggf. die Härtung forcierenden Bedin-

- 1 gungen ausgesetzt, während der unbeanspruchte Anteil des Harzes für Wiederholungen des Vorgangs verfügbar bleibt und bei Bedarf mit Frischware aufgefüllt wird.
- 5 Der Faserstoff kann mit mechanisch hochfesteren Fasern angereichert werden, um deren spezifische Eigenschaften intrastrukturell in die End Eigenschaften des nachträglich verstärkten Formteils einzubeziehen.
- 10 Die neuen Möglichkeiten, die sich durch das erfindungsgemäße Verfahren ergeben, führen zu preiswerten verstärkten Faserstoff-Formteilen, die vorwiegend aus regenerierbaren, langfristig verfügbaren Rohstoffen bestehen und dabei diesen Teilen bisher nicht bekannte Eigenschaften wie u.a.
- 15 Wasser- und Wetterbeständigkeit, Temperaturbeständigkeit, hohe mechanische Festigkeit, Überlackierbarkeit auch mit lösungsmittelhaltigen Systemen sowie die Möglichkeit zu universellen Krafteinleitung verleihen und somit in den aussichtsreichen Wettbewerb mit handelsüblichen Form-
- 20 stoffen, die vergleichbare Eigenschaften aufweisen, treten bzw. für Faserstoff-Formteile völlig neue Anwendungsbereiche erschließen können.

Beispiel:

- 25 Fünf handelsübliche FIBRIT^R-Träger (PKW-Türverkleidung) werden in einem Gitterkäfig übereinander mit einem Abstand von ca. 10 mm fixiert und in einem Deckel-Tank, der 300 ltr eines handelsüblichen MDI-Harzes enthält, über dem Flüssigkeitsspiegel an geeigneten Einbauten befestigt.
- 30

- Nach Verschließen des Deckels wird der gesamte Tank bei einer Temperatur von 35° C bis zu einem Druck von 0,07 bar evakuiert und nach 5 Min. um 180° gekippt. Dabei gelangen
- 35 die FIBRIT^R-Träger in die Harzflüssigkeit, verbleiben dort 30 s und kommen durch Kippen um weitere 180° in die Ausgangsstellung zurück.

- 1 Nach dem Belüften des Tanks und Öffnen des Deckels sind die Teile frei von größeren anhaftenden Flüssigkeitsrückständen und werden einige Stunden bei 95° C gehärtet.
- 5 Die Gewichtszunahme der Teile beträgt 24,5 - 26,0 Gew.-%. Die verstärkten Formteile sind kochbeständig und zeigen einen gegenüber dem Ausgangswert um das 3,5fache gestiegenen E-Modul im Biegeversuch. Freibewitterung zeigt nach 18 Monaten außer Vergilbung keinen negativen Befund.
- 10 Der überschüssige Harzanteil verändert sich durch diese Arbeitsweise in Viscosität und NCO-Gehalt nicht meßbar.

15

20

25

30

35

Ansprüche

- 1
- 5
1. Verfahren zur Eigenschaftverbesserung, insbesondere der Wasserbeständigkeit und mechanischen Festigkeit von aus zellulosehaltiger Faserstoff-Aufschlammung durch Pressen erzeugten Formteilen, bei dem die Form-
- 10 teile einem Unterdruck ausgesetzt, dann mit einem geeigneten fließfähigen Harz benetzt, einer Druckerhöhung unterworfen und anschließend ausgehärtet werden, d a d u r c h g e k e n n z e i c h -
- 15 n e t , daß der unbeanspruchte Anteil von isocyanathaltigem Harz und die Formteile noch im Unterdruck voneinander getrennt werden.
2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, g e k e n n z e i c h n e t durch zwei
- 20 parallele röhrenförmige Behälter, deren Innenräume über Verbindungsstücke, wie Rohrstücke oder einen über die ganze Länge der Behälter oder einen Teil derselben verlaufenden Kanal miteinander verbunden und an eine
- 25 Vakuumeinrichtung angeschlossen sind, und die um eine zur Behälterachse parallele Achse gemeinsam drehbar gelagert sind, wobei mindestens ein Behälter über einen an seinem einen Ende angeordneten Deckel zugänglich ist und der andere eine verschließbare Flüssigkeitszufuhr-
- 30 öffnung besitzt.